

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **64-042370**

(43)Date of publication of application : **14.02.1989**

(51)Int.Cl.

C04B 37/02
B23K 1/19

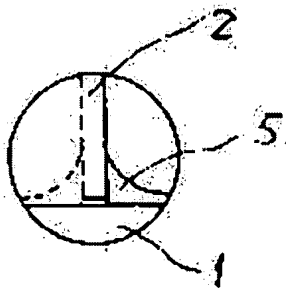
(21)Application number : **62-197296**

(71)Applicant : **TOSHIBA CORP**

(22)Date of filing : **08.08.1987**

(72)Inventor : **NAKABASHI MASAKO**
SHIROKANE MAKOTO
TAKEDA HIROMITSU

(54) METHOD FOR JOINING CERAMICS AND METAL



(57)Abstract:

PURPOSE: To join ceramics and metal with superior adhesion by providing the joining layer containing an active metal and solder between a first body to be joined of ceramics and a second body to be joined of a specified iron-base alloy, and then heating the obtained composition.

CONSTITUTION: The second body 2 to be joined 2 is obtained by forming a coated layer consisting of Cu, Cr, etc., of 1W100 μ m thickness, by a metal plating process, on the joining plane of an iron-base alloy such as Fe-Ni alloy, Fe-Cr alloy and Fe-Ni-Co alloy, etc. The above-mentioned joining body 2 is arranged to face the first joining body 1 consisting of an oxide ceramics such as Al₂O₃ or non-oxide ceramics such as AlN and other ceramics. A joining layer (e.g.; Ag solder) 5, consisting of the active metal of 1W50 μ m particle size and solder, is provided on the facing region of the joining bodies 1 and 2, and the obtained composition is then heated to join both bodies 1 and 2 at 700W900°C, preferably in vacuum, for 1W30min.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-42370

⑬ Int.Cl.⁴C 04 B 37/02
B 23 K 1/19

識別記号

庁内整理番号

B-8317-4G
H-6919-4E

⑭ 公開 昭和64年(1989)2月14日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 セラミックスと金属との接合方法

⑯ 特 願 昭62-197296

⑰ 出 願 昭62(1987)8月8日

⑱ 発 明 者 中 橋 昌 子 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究
所内
⑱ 発 明 者 白 兼 誠 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究
所内
⑱ 発 明 者 竹 田 博 光 神奈川県川崎市幸区小向東芝町1 株式会社東芝総合研究
所内
⑲ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地
⑳ 代 理 人 弁 理 士 則 近 憲 佑 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

セラミックスと金属との接合方法

2. 特許請求の範囲

1) セラミックスからなる第1の被接合体と、接合面にCu, Crの少なくとも一種の被覆層を有する鉄基合金からなる第2の被接合体との間に、活性金属及びろう材を含む接合層を設けた後、加熱により第1及び第2の被接合体を接合する事を特徴としたセラミックスと金属との接合方法。

2) セラミックスからなる第1の被接合体表面に接合層として活性金属粉末層を介したろう材層を設けた事を特徴とする特許請求の範囲第1項記載のセラミックスと金属との接合方法。

3) 鉄基合金からなる第2の被接合体の接合面にメッキ法によりCu, Crの少なくとも一種を設けた事を特徴とする特許請求の範囲第1項記載のセラミックスと金属との接合方法。

3. 発明の詳細な説明

(発明の目的)

(産業上の利用分野)

本発明はセラミックスと金属との接合方法に関する。

(従来の技術)

最近、セラミックスはその優れた諸特性により構造材料、機能材料等の広い分野に利用され始めている。その多くの場合は、セラミックス単体で部品を構成しているが、より多くの分野でセラミックスを利用するためには、金属と接合可能であることが必要である。このため、セラミックスと金属との接合方法を確認することが望まれている。

しかしながら一般的にセラミックスと金属とは熱膨張係数が大きく異なる為、その両者の熱膨張係数差に起因して接合部に熱応力が度々発生する。これらの熱応力はセラミックスにクラックを発生させ易いという重要な問題点があった。そこでこの様な熱応力の発生を低減させるためになるべくセラミックスと熱膨張係数の近い金属を用いた接合体が検討されている。この様な目的に用い

られる金属としては、通称コパール、42アロイ等と呼ばれるFe-Cr系合金、Fe-Ni-Cr系合金、Fe-Ni系合金等の低熱膨張係数の鉄基合金が挙げられる。これらの鉄基低熱、膨張合金を接合する際に通常のセラミックスと金属との接合に用いるAg系のろう材を用いると、ろう材の成分が粒界を中心に浸透(ペネトレーション)し易く、合金を劣化させる原因となる。

そこでこれを防ぐ為に例えばWeld J. 61-11, p363に示す様に鉄基低熱膨張合金の接合層表面にNiメッキ層を設ける事が試みられているが、この場合はNiがろう材中に拡散しセラミックスとろう材の接合性に悪影響を及ぼす事が実験により確認された。この問題は特に気密性を保護する容器等を得る為の接合を行う場合には重要な欠点となっていた。

(発明が解決しようとする問題点)

本発明方法は上記の点に鑑みてなされたものであり、良好な接合が可能となるセラミックスと金属との接合方法を提供するものである。

ックスおよび窒化アルミニウムなど非酸化物セラミックス等を用いる事ができ、又第2の被接合体としてはFe-36Ni, Fe-42NiなどFe-Ni合金、Fe-18CrなどFe-Cr合金、Fe-29Ni-17CoなどFe-Ni-Co合金等を用いる事ができる。また鉄基合金からなる第2の被接合体の接合面に設けるCu, Cr等の被覆層の形成方法としてはメッキ、スパッタリング、蒸着、CVDなどの各種方法が挙げられるが、プロセスの容易さ、緻密さ、層形成速度の速さなどの観点から、メッキ法が有利である。層の厚さは特に問わないが、ろう材に対するバリア効果を考えると1μmから100μmが望ましい。

CuあるいはCr層は、単層で形成される必要はなく、CuとCr層の両方を設けても良く、あるいは、鉄基低熱膨張係数合金の表面に他の層、例えばNi層を設けたのち、CuあるいはCr層あるいはその両方を設けても良い。

次に本発明に用いる活性金属及びろう材を含む接合層としては、Ti-Ag-Cu, Zr-Ag-Cu, Ti-Ag-Cu-Sn等また接合層として第1の被接合体側にTi,

(発明の構成)

(問題^点を解決するための手段^{および}作用)

本発明方法はセラミックスからなる第1の被接合体と、接合面にCu, Crの少なくとも一種の被覆層を有する鉄基合金からなる第2の被接合体との間に活性金属及びろう材を含む接合層を設けた後、加熱により第1及び第2の被接合体を接合するセラミックスと金属との接合方法であり、また接合層としては第1の被接合体側に活性金属粉末層を設けたろう材層を用いるというものである。

つまり本発明方法によれば第2の被接合体の接合面にCu, Cr等被覆層を有する事により、ろう材による鉄基合金からなる第2の被接合体がペネトレーションを生じる事なくかつ被覆層の成分がろう材中に拡散する事もない為、密着性良く、良好にセラミックスと金属とを接合できるというものである。

なお本発明に用いる第1の被接合体としてはアルミナ、フォスファイトなどの酸化物セラミックスおよび窒化アルミニウムなど非酸化物セラミ

Zr等の活性金属粉末を設けたろう材層を用いることが好ましい。

この場合活性金属粉末として粒径1~50μm程度のものを用い、0.1~10mg/cm²程度用いる事が好ましい。なおろう材層としては

Ag-Cu, Ag-Cu-Sn, Ag-Cu-Sn-In合金等を用いる事ができる。また接合時の温度、雰囲気、圧力等は適宜設定できるが実用上は700~900℃、真空中が好ましく、時間は1分~30分、加圧は原理的には不要であるが接合面を密着させる程度加えても良い。

(実施例)

(実施例1)

第1図に示したような第1の被接合体として外径60mm、内径50mm、高さ60mmのAl₂O₃製セラミックス容器(1)を用意した。次に、直径5μm以下のTi及びZrの9:1の混合粉をエチルセルローズのエタノール溶液と混練した混合剤を作製し、前記セラミックス容器の接合面(3)及び(3')にそれぞれ塗布した。この時、塗布量が1mg/cm²になるよ

りに調整した。

その後、該塗布面に Ag ろう (72% Ag - Cu) の 50 μ m 厚の板 (4) 及び (4') を配し、接合層を形成した後さらに表面に 10 μ m の Cr メッキを施した第 2 の被接合体としての、コパール (Ni - Co - Fe 合金) 製封着用金属 (2) および (2') を当接し、真空中 (2×10^{-5} Torr) で 850°C、5 分加熱保持した。冷却後炉中よりとりだしたところ、セラミックス容器と封着用金属は、第 2 図に示すように、メタライジングされたセラミックス容器の接合面に裾を引くように流れた Ag ろう (5) により良好に、密着性良く強固に固定されていた。また He リーク試験により接合部での気密性を評価したところ、He リーク量は 10^{-10} Torr \cdot ℓ/sec 以下であり、漏れはなかった。

(実施例 2)

第 1 図に示したような第 1 の被接合体として外径 60 mm、内径 50 mm、高さ 60 mm の Al_2O_3 製セラミックス容器 (1) を用意した。次に、直径 5 μ m 以下の Ti 及び Zr の 9 : 1 の混合粉をエチルセルローズ

外径 60 mm、内径 50 mm、高さ 60 mm の Al_2O_3 製セラミックス容器 (1) を用意した。次に、1% Ti - 71% Ag - 28% Cu の混合粉をエチルセルローズのエタノール溶液と混練した混合剤を作製し、前記セラミックス容器の接合面 (3) 及び (3') にそれぞれ塗布した。この時、塗布厚さが 40 μ m になるように調整した。

その後、さらに表面に 10 μ m の Cr メッキを施した第 2 の被接合体としての、コパール (Ni - Co - Fe 合金) 製封着用金属 (2) および (2') を当接し、真空中 (2×10^{-5} Torr) で 850°C、5 分加熱保持した。冷却後炉中よりとりだしたところ、セラミックス容器と封着用金属は、第 2 図に示すように、メタライジングされたセラミックス容器の接合面に裾を引くように流れた活性 Ag ろう (5) により良好に、密着性良く強固に固定されていた。また He リーク試験により接合部での気密性を評価したところ、He リーク量は 10^{-10} Torr \cdot ℓ/sec 以下であり、漏れはなかった。

(発明の効果)

本発明によれば良好な密着性を有したセラミ

スのエタノール溶液と混練した混合剤を作製し、前記セラミックス容器の接合面 (3) 及び (3') にそれぞれ塗布した。この時、塗布量が 1 mg/cm² になるように調整した。

その後、該塗布面に Ag ろう (72% Ag - Cu) の 50 μ m 厚の板 (4) 及び (4') を配し、接合層を形成した後表面に 20 μ m の Cu メッキを施した第 2 の被接合体としてのさらに 42 アロイ (Ni - Fe 合金) 製封着用金属 (2) および (2') を当接し、真空中 (2×10^{-5} Torr) で 850°C、5 分加熱保持した。冷却後炉中よりとりだしたところ、セラミックス容器と封着用金属は、第 2 図に示すように、メタライジングされたセラミックス容器の接合面に裾を引くように流れた Ag ろう (5) により良好に、強固に固定されていた。また He リーク試験により接合部での気密性を評価したところ、He リーク量は 10^{-10} Torr \cdot ℓ/sec 以下であり、漏れはなかった。

(実施例 3)

(実施例 3)

第 1 図に示したような第 1 の被接合体として

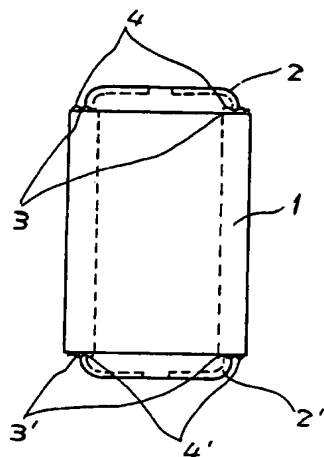
ックスと金属の接合が行える。

4. 図面の簡単な説明

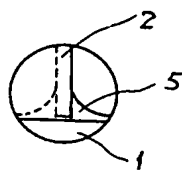
第 1 図は本発明の実施例における容器の構造を示した模式図、第 2 図は接合部を拡大して示した模式図である。

1 … セラミックス容器、2, 2' … 封着用金属、3, 3' … 接合面、4, 4' … Ag ろう板、5 … Ag ろう。

代理人 弁理士 則 近 應 佑
同 松 山 弘 之



第 1 図



第 2 図